

# Mikrostrukturelle Ausscheidungen bei Sc- und Zr- modifizierten AlMg-Legierungen prozessiert mit SLM

**Other Conference Item****Author(s):**

Spierings, Adriaan B.

**Publication date:**

2016

**Permanent link:**

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-010803911>

**Rights / license:**

In Copyright - Non-Commercial Use Permitted

# Mikrostrukturelle Ausscheidungen bei Sc- und Zr-modifizierten AlMg-Legierungen prozessiert mit SLM

---

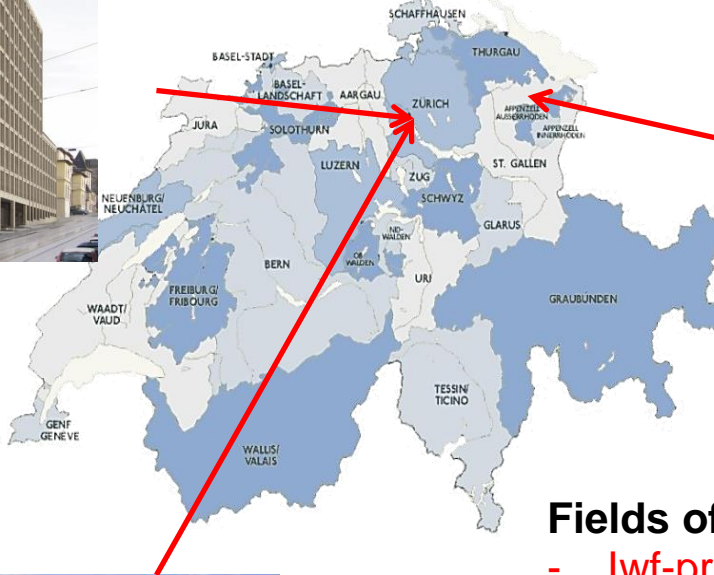
**Adriaan B. Spierings<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Innovation Centre for Additive Manufacturing, INSPIRE, Switzerland

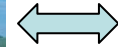
# Who is inspire?



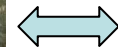
ETH Zurich



St.Gallen, icams



**ETH** zürich



**EMPA**  
Materials Science & Technology



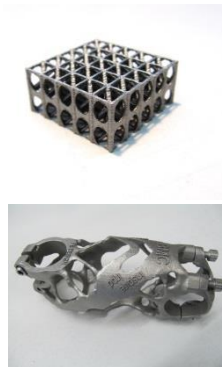
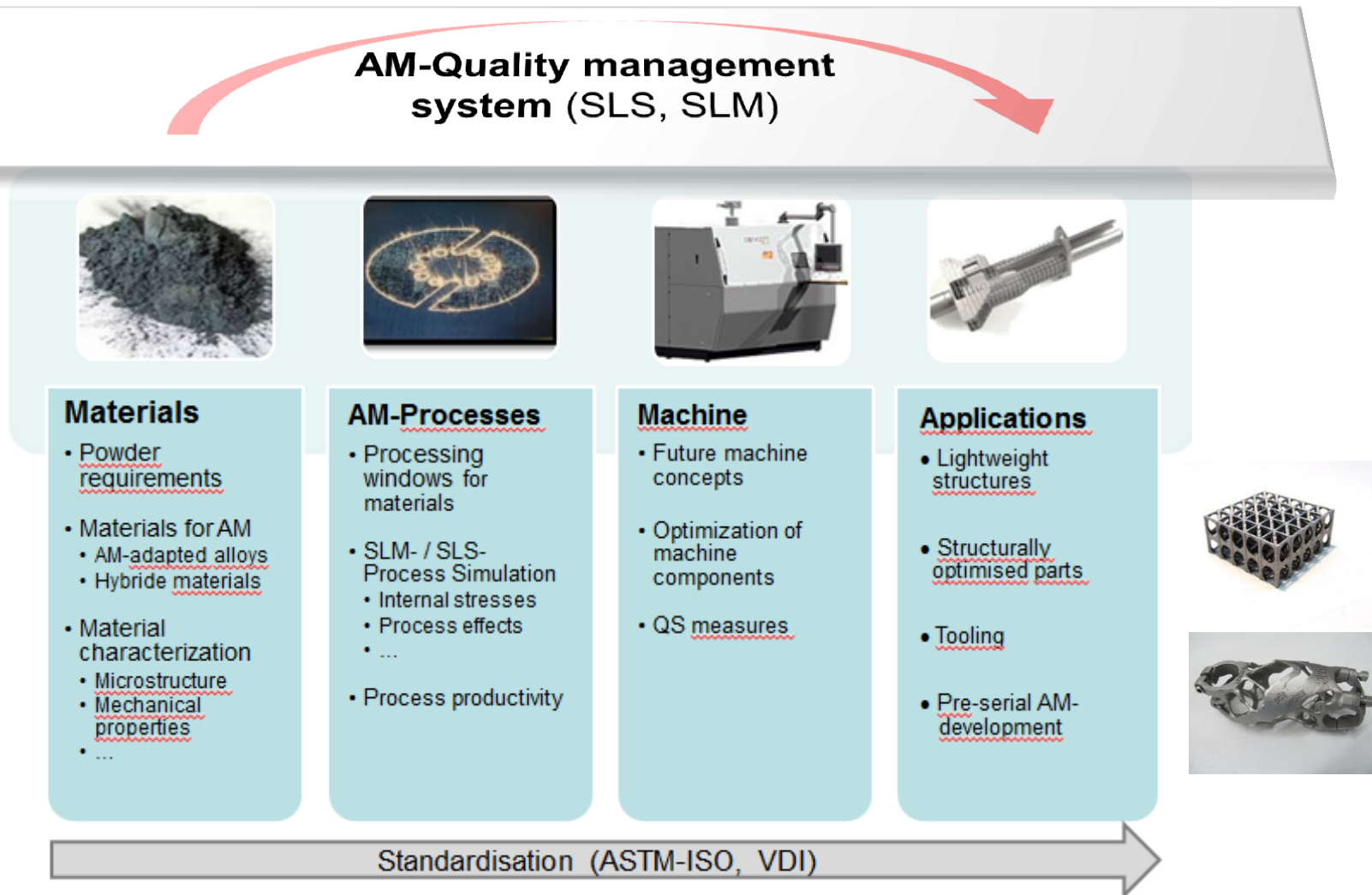
Technopark Zurich, Headquarters

## Fields of activity / institutes

- **lwf-processes:** Grinding, Cutting, EDM, ...
- **lwf-machines:** Machine Tools, Simulation, Analysis, Improvements
- **lwf-micromachining:** Laser- & mikrofabrication
- **icams:** Additive Manufacturing (SLS, SLM)
- **lpdz:** Construction & Design
- **lcs:** Composite-Structures
- **lcmi:** Material integrity
- **lfa:** Automation, Optimisation, Mechatronic
- **lvp:** Virtual production / Forming technology

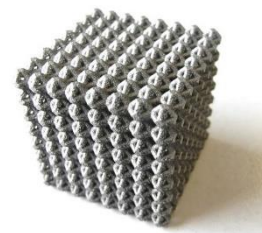
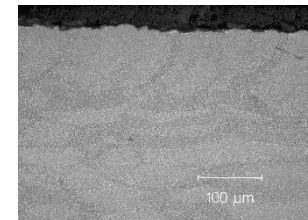
## ■ Inspire – innovation centre for additive manufacturing (icams)

*R&D in  
AM since  
1996*



# Agenda

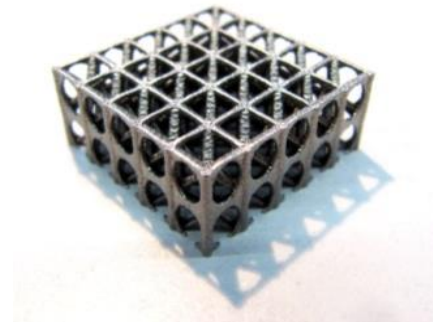
- Einleitung
  - *Stand der Technik in SLM von Aluminium*
  - *Sc-modifizierte Aluminium Legierungen*
- Methoden & Materialien
- Resultate
  - Mikrostruktur
  - Ausscheidungen
- Diskussion und Ausblick



# Einleitung

## ■ Struktur-Anwendungen mit Aluminium

- Für Leichtbau-Anwendungen im Fahrzeugbau, Flugzeuge / Raumfahrtbereich werden hochfeste Aluminium-Legierungen verwendet.
  - 5xxx: naturhart
  - 6xxx: aushärtbar, hochfest
  - 7xxx: ``
- **Additive Fertigung** vergrössert das Leichtbau-Potential
  - Bionic design
  - Gitter-Strukturen
  - Topologie Optimierung



Aircraft body segment Boeing 787,  
source: wikipedia



Aluminium space frame Audi A2



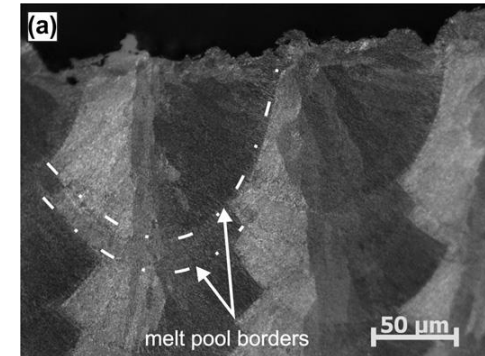
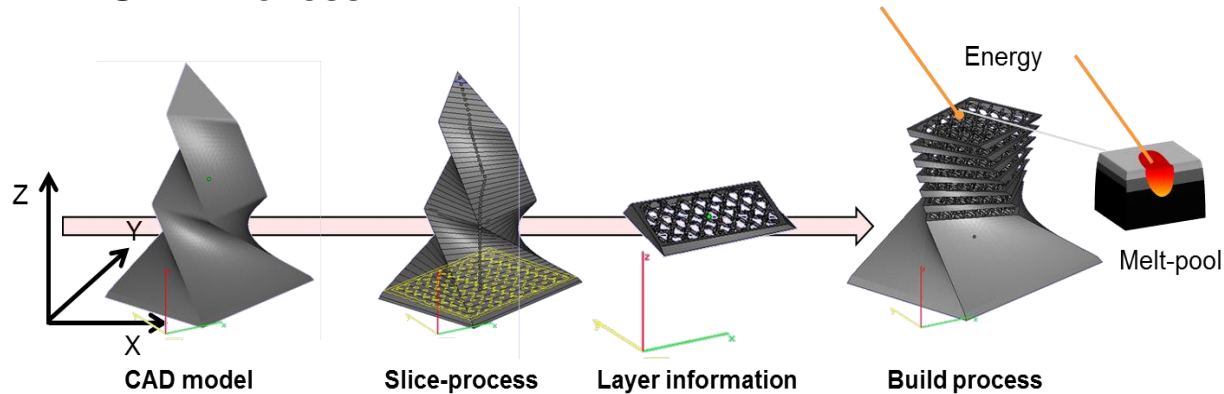
SLM-manufactured aluminium frame,  
source: APworks / Airbus



# Einleitung

## ■ Selective Laser Melting

### — SLM-Prozess

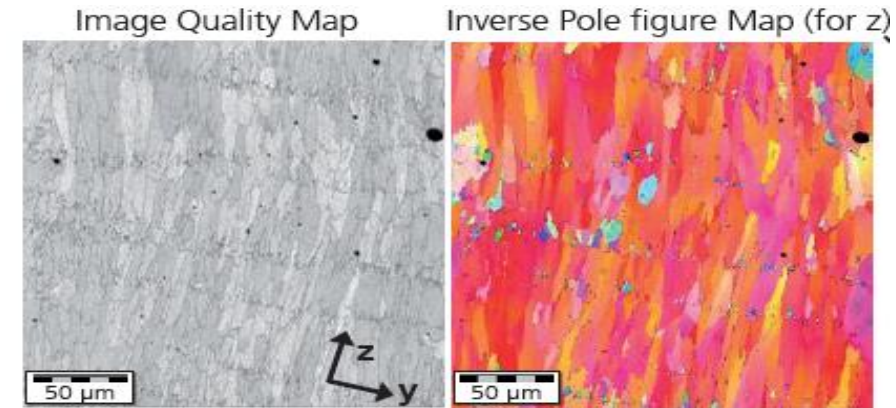


AlSi10Mg, Source: Thijs (2013)

### — Typische Mikrostruktur

#### Sehr rasche Abkühlung der Schmelze

- Feinkörnige Mikrostruktur, aber
- Columnare Körner in  $\langle 100 \rangle$  Aufbau-Richtung  
50µm – 100µm lang → **Anisotropie**
- Heat affected zone



AlSi10Mg, Source: Buchbinder (2014)

# Einleitung

## ■ Stand der Technik in SLM von Aluminium

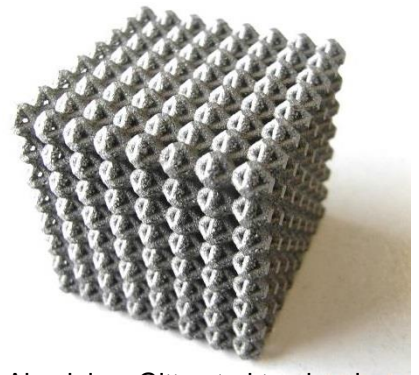
### — State of the art: I.R. nah-eutektische 4xxx Legierungen

- Beispiele:
  - AlSi12
  - AlSi10Mg
  - AlSi7Mg

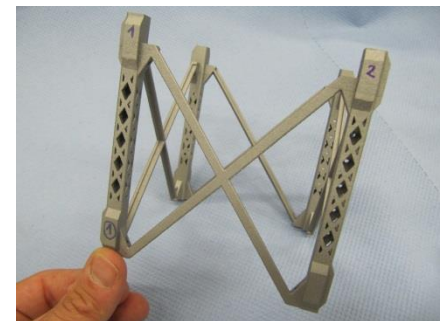
AlSi10Mg	$\sigma_{0.2}$ (Mpa)	$\sigma_{UTS}$ (Mpa)	A (%)
Vertikal	250	350	2.5
Horizontal	235	275	1.1

**Anisotropie typisch /  $\approx$  5 - 15%**

- Hochfeste Legierungen (z.B. 7xxx Legierungen) sind aufgrund der Heiss-Riss Problematik schwierig mit SLM verarbeitbar.



Aluminium Gitterstruktur: inspire

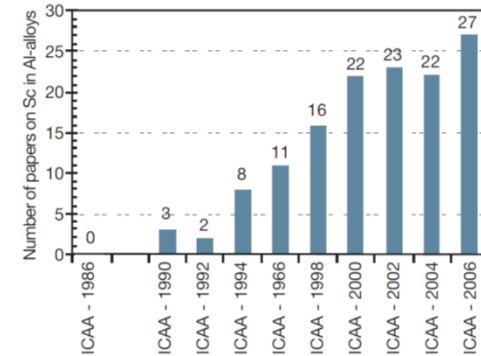


Aluminium Space-Teile, source: inspire

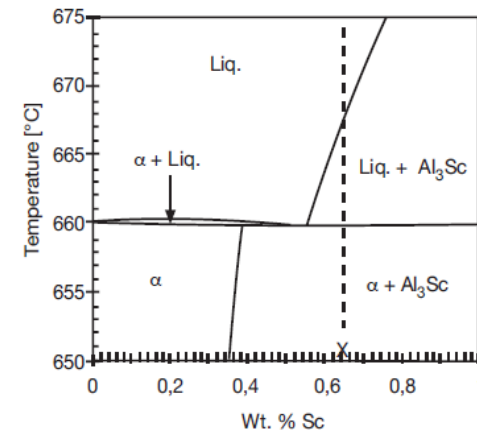


# Motivation

- **Alternative Al-Legierungen mit Ausscheidungs-Bildnern Scandium und Zirkonium**
  - Al-Sc alloys wurden in den 1970'ern durch US- und Russische Wissenschaftler entwickelt.
  - Vorteile von Sc-modifizierte Al-Legierungen
    - Al-Sc bildet fein dispergierte intermetallische  $\text{Al}_3\text{Sc}$  Phasen
      - **Steigerung der Festigkeit**
    - Bei über-eutektischen Legierungen: Primäre  $\text{Al}_3\text{Sc}$  Phasen wirken als Kristallisationskeime
      - **Feine Mikrostruktur**
    - $\text{Al}_3\text{Sc}$  Ausscheidungen bilden sich bei höheren Temperaturen, und sind thermisch sehr stabil.
      - **Resistenz gegen Kornwachstum**
  - Für SLM existiert die Legierung «**Scalmalloy<sup>®</sup>**»
    - *Airbus Innovation Group*



Increasing interest in Sc for Al-alloys.  
Royset (2007)



Phase diagram of Al-Sc at the Al-rich corner

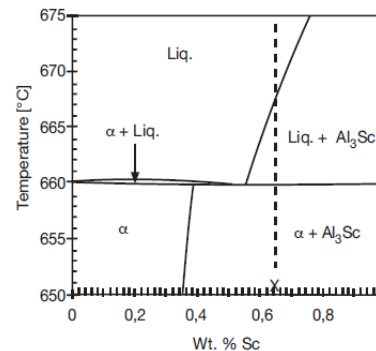
# Methoden & Materialien

## ■ Legierung

- Al-Mg-Sc-Zr alloy composition (wt%)

Mg	Sc	Zr	Mn	Fe	others
4.6	0.66	0.42	0.49	≈0.07	≈0.05

- Über-eutektische Zusammensetzung  
→ Primäre Ausscheidungen



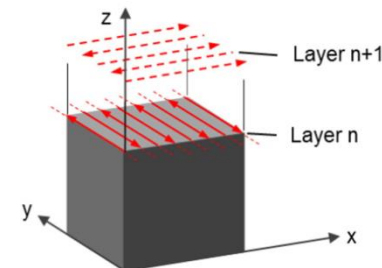
Scalmalloy powder



Concept Laser M2 machine

## ■ SLM Anlage «M2»

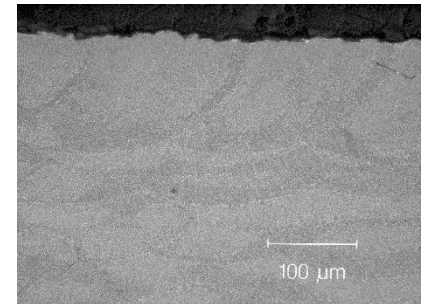
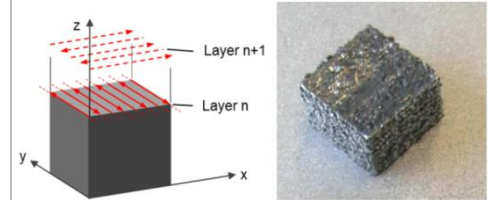
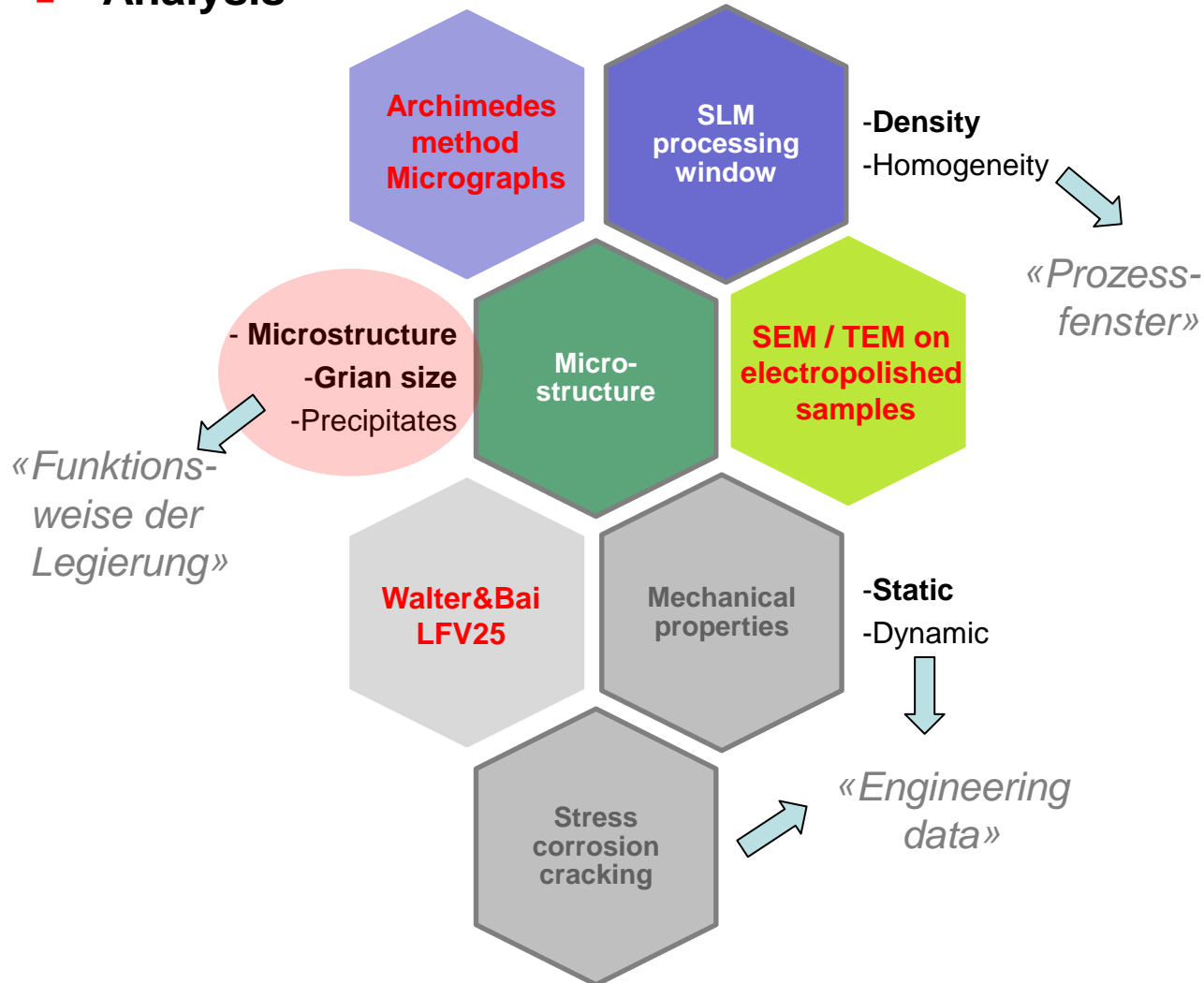
- Probekörper für Mikrostruktur-Analyse 10x10x10 mm<sup>3</sup>
- Laser power 200 W
- Layer thickness 30 μm
- Bereich Energiedichte 120 – 238 J/mm<sup>3</sup>
- Scan strategie 90° Rotation der Scanrichtung
- Probendichte ≈ 99.5%



Spierings, A.B., et al., CIRP Ann. Manuf. Technol. (2016), 65(1): p. 213-6.

# Methoden & Materialien

## ■ Analysis



Microstructure

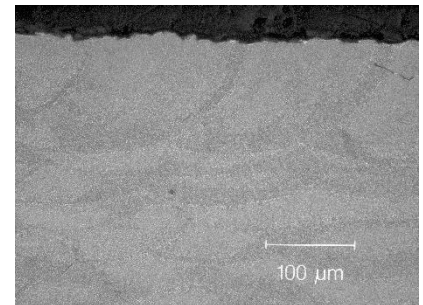
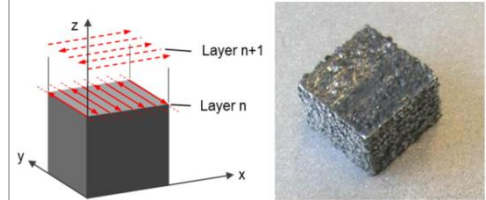


FEI Helios dual beam FIB with EDAX-EBSD

# Methoden & Materialien

## ■ Analysis

- **Mikrostruktur:** FEI Helios dual beam FIB mit
  - Electron backscatter diffraction (EBSD)
    - ➔ Image quality maps
  - Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS)
- **Ausscheidungen**
  - TEM on electropolished foils
  - JEOL 2100 FC microscope
    - ➔ STEM-Analysen im BF- & DF- modus
  - Für hochauflösende EDS Analysen: FEI TALOS F200A



Microstructure

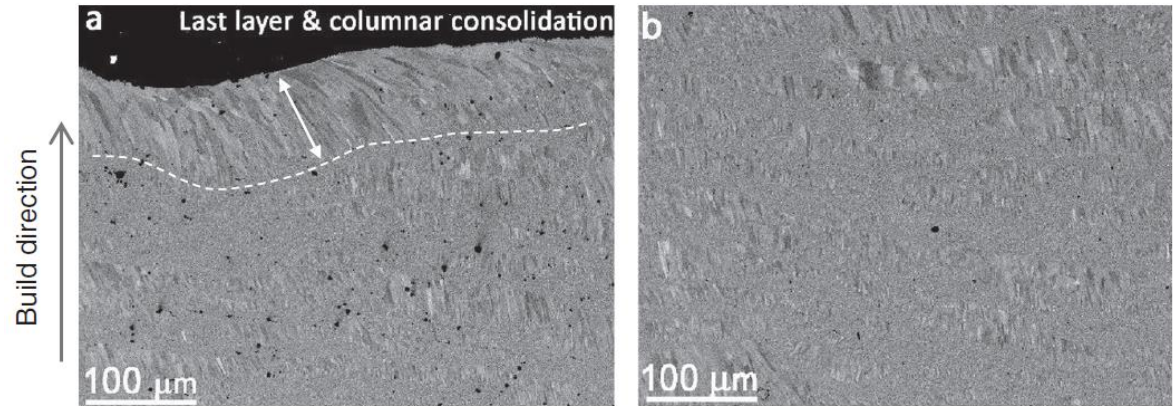


FEI Helios dual beam FIB  
with EDAX-EBSD

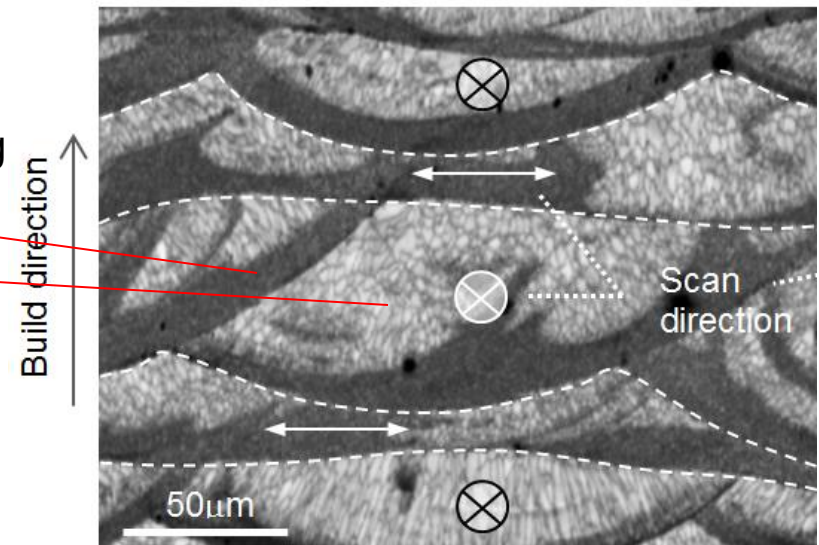
# Resultate

## ■ Mikrostruktur

- Top-Layer konsolidiert in stängel-artigen Körnern.



- Die Mikrostruktur des Schweiss-Bades zeigt eine bi-modale Korngrössen-Verteilung
  - «Feinkorn-» Struktur (FG)
  - «Grobkorn-» Struktur (CG)

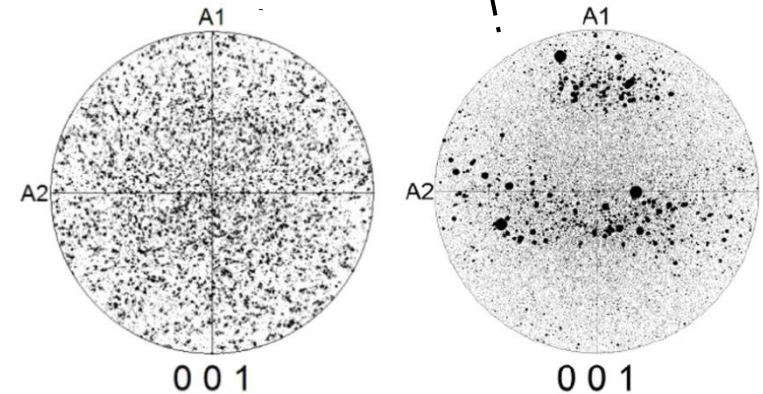
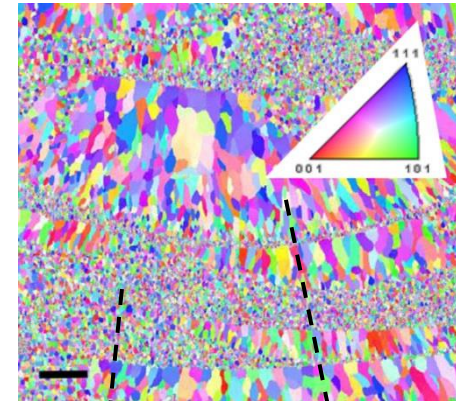
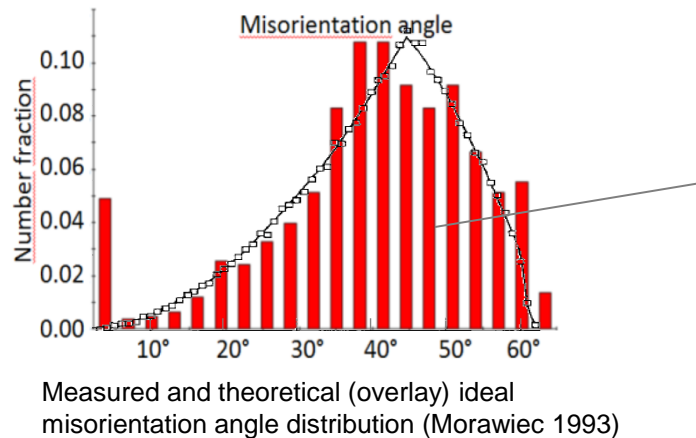




# Resultate

## ■ Mikrostruktur

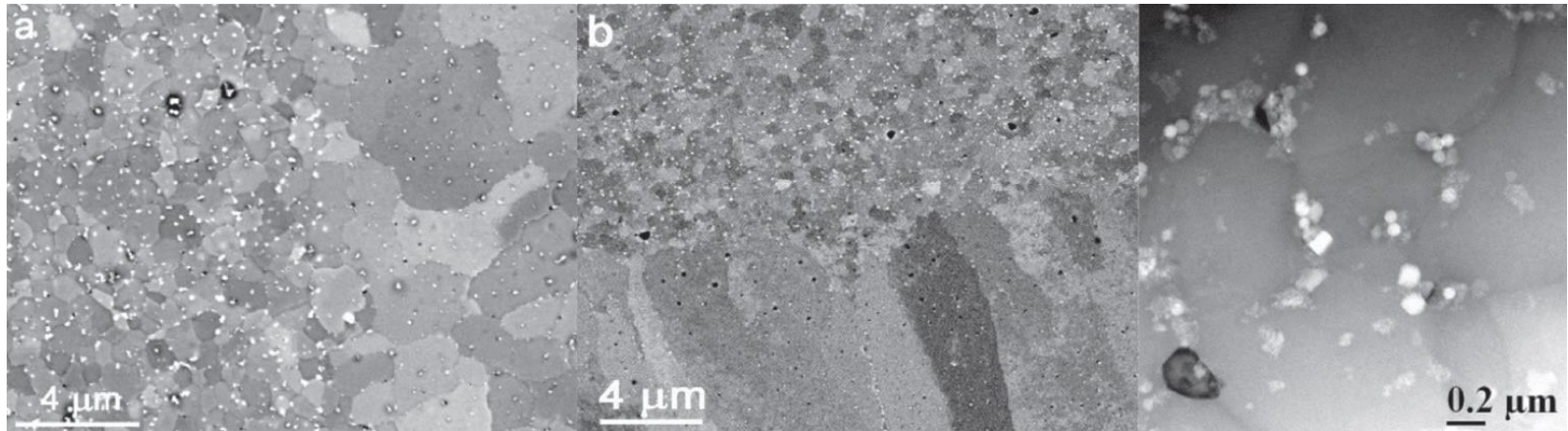
- Grobkorn: Kristallographische Orientierung primär in  $\langle 100 \rangle$  Richtung (z-Richtung)
  - Entgegen gesetzt zur Abkühlrichtung des Schmelzepools.
- Feinkorn: keine Vorzugsorientierung



Pole Figure für Feinkorn (links) und Grobkorn (rechts)

# Resultate

## ■ Ausscheidungen

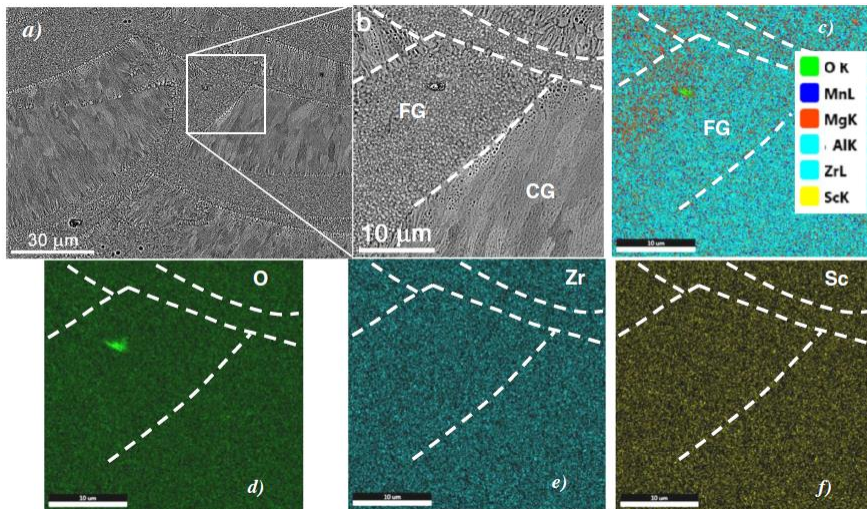


a, b) SEM Aufnahme der Mikrostruktur im Grob- und Feinkornbereich, c) Korngrenzen-Ausscheidungen in Feinkorn-Material

- Sehr rascher Wechsel zwischen Grob- und Feinkornbereich!
- In beiden Bereichen sind Partikel ersichtlich, wobei die Partikeldichte im Feinkorn wesentlich grösser ist.
- Partikel sind primär an Korngrenzen.

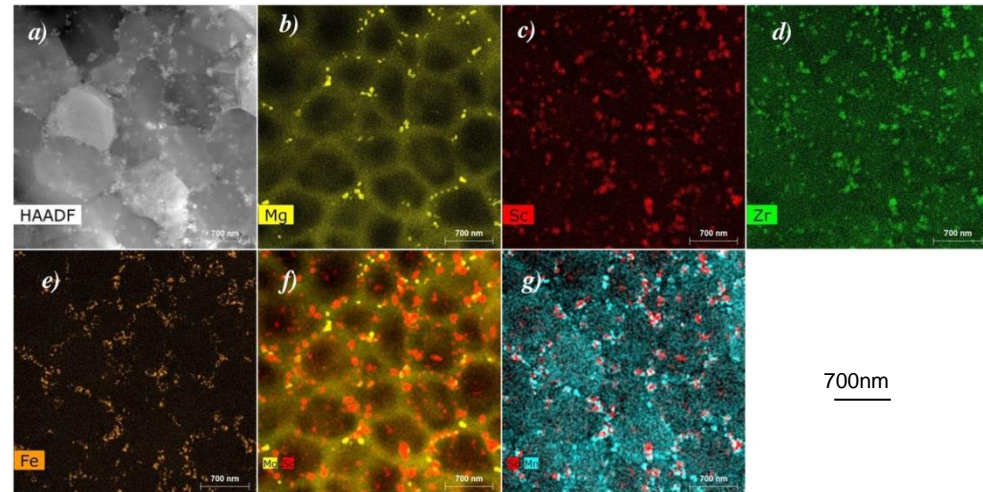
# Resultate

## ■ EDS mapping



EDS mapping für Mg, O, Zr, Sc Grob- und Feinkorn

- Keine Segregation zwischen Grob- und Feinkorn /  $\approx$  homogene Verteilung
- Einzelne Oxid-partikel vorhanden



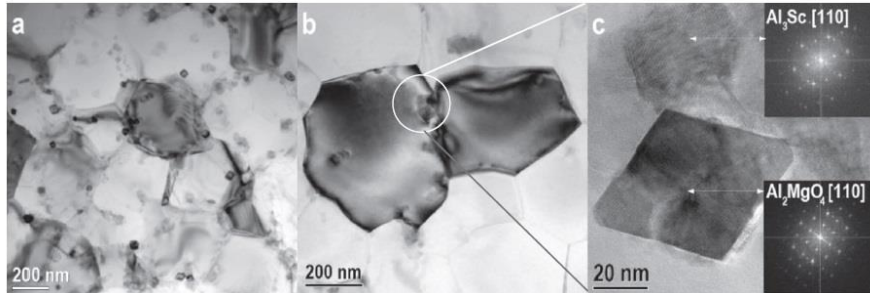
EDS mapping im Feinkorn-Bereich für b) Mg, c) Sc, d) Zr, e) Fe. f) Sc + Mg, g) Sc + Mn

- Mg-Segregation an Korngrenzen
- Sc- Zr Partikel an Korngrenzen sowie in Körnern.



# Resultate

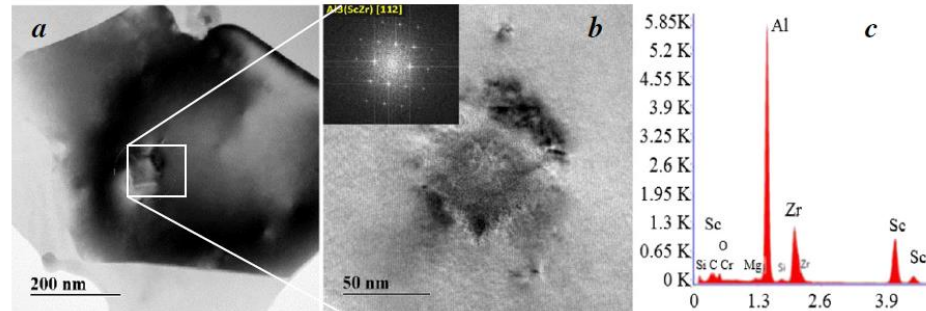
## ■ Ausscheidungen



### BF-STEM Analyse in Feinkorn

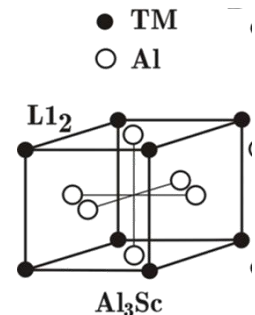
- a) Übersicht mit intragranulären Partikeln.
- b) [110] orientierte Körner mit intragranularen und korngrenzen-nahen Partikeln.
- c) FFT für  $\text{Al}_3\text{Sc}$ - und  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  Partikel

- Verschiedene Ausscheidungen. FFT bestätigen
  - $\text{Al}_3\text{Sc}$ -Partikel
  - $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  Partikel
  - Gitterkonstante  $8.05 \text{ \AA}$
  - = "Spinel" mit Gitterkonstante  $8.08 \text{ \AA}$
- Intragranulär und korngrenzen- / korngrenzen-nahe Partikel



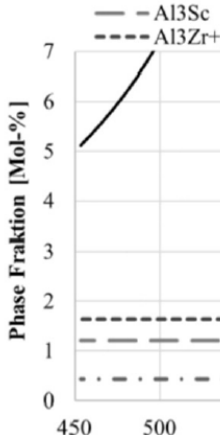
- a) BF-TEM Analyse in [112] Feinkorn.
- b) Cube-shaped  $\text{Al}_3(\text{ScZr})$  Partikel mit  $L1_2$  Struktur.
- c) EDS zeigt Signale von Al, Sc und Zr.

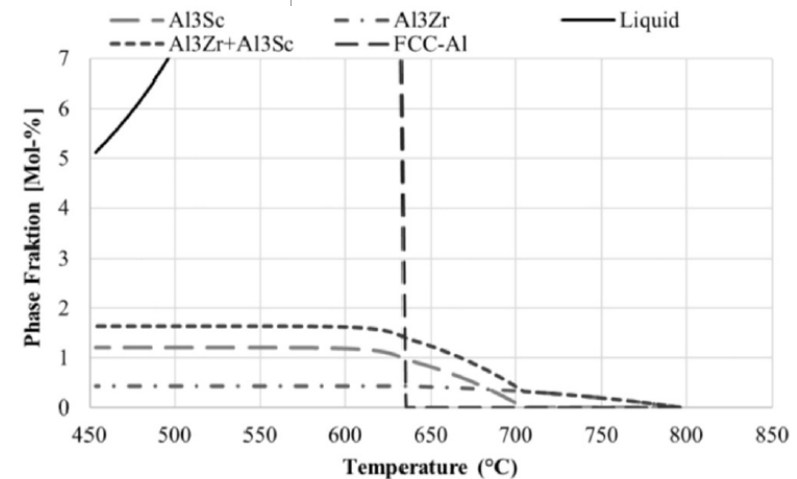
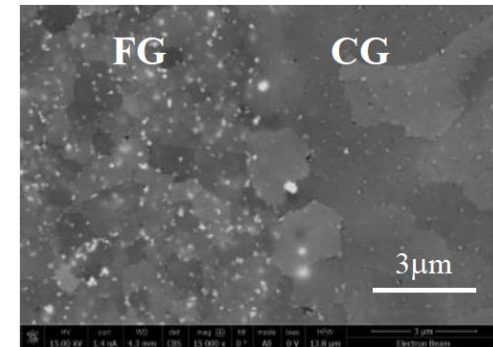
- Sowohl EDS Analyse als auch FFT bestätigen intragranuläre  $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$  –Partikel mit  $L1_2$  Struktur.
- Typische Partikel-grösse  $\approx 50 \text{ nm}$



# Diskussion

## ■ Mikrostruktur und deren Entstehung

- Die im Grobkorn-Bereich auftretende Mikrostruktur ist eher bekannt als typische Mikrostruktur im SLM-Prozess
    - Hoher sehr gerichteter Abkühlgradient
  - Der Feinkorn-Bereich ist sehr interessant und in dieser Art neu
    - Hoher Anteil an  $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$  sowie  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  Partikeln, welche als Kristallisationskeime für FCC-Al agieren.
  - Woher stammt die duplex-Kornstruktur?
    - Scheil-Simulation zeigt, dass  $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$  bei  $T > 800^\circ\text{C}$  rasch in Lösung übergehen.
    - $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  Partikel sind hingegen bis  $T > 1'227^\circ\text{C}$  thermisch stabil.
    - ➔ rasche Abnahme der Dichte an Kristallisationskeimen.
    - Thermische Simulation bestätigt, dass diese T-Grenze gerade zwischen FG und CG liegt.
- 
- The graph shows the phase fraction of Al<sub>3</sub>Sc (solid line) and Al<sub>3</sub>Zr+ (dashed line) as a function of temperature. The y-axis represents the phase fraction in mol-%, ranging from 0 to 7. The x-axis represents temperature in °C, with markers at 450 and 500. The Al<sub>3</sub>Sc phase fraction starts at approximately 5.2 mol-% at 450°C and increases sharply to about 7.2 mol-% at 500°C. The Al<sub>3</sub>Zr+ phase fraction remains relatively constant at approximately 1.8 mol-% across the temperature range shown.
- | Temperature (°C) | Al <sub>3</sub> Sc Phase Fraction (Mol-%) | Al <sub>3</sub> Zr+ Phase Fraction (Mol-%) |
|------------------|---|--|
| 450              | ~5.2                                      | ~1.8                                       |
| 500              | ~7.2                                      | ~1.8                                       |





# Ausblick

---

## Was hilft uns das?

- Das Wissen über die Wirk-Prinzipien einer Legierung bildet die Basis zur Entwicklung neuer – auf die Umgebungs-Bedingungen im SLM-Prozess ausgerichteter – Legierungen
  - Erste Ansätze werden derzeit entwickelt und untersucht.
- Die Legierungs-Zusammensetzung ist qualitätsrelevant für den SLM-Prozess.

---

### Details

**A.B. Spierings et.al**, *Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting*. Materials & Design, 2017, **115**, 52-63.

# Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit



SLM lab @ inspire-icams



**Adriaan B. Spierings**

*Head R&D SLM*

Lerchenfeldstrasse 5  
9014 St.Gallen

[spierings@inspire.ethz.ch](mailto:spierings@inspire.ethz.ch)  
+41 71 274 73 19

[www.inspire.ethz.ch](http://www.inspire.ethz.ch)